See EPO 656 409 for English Equivalent

COATING COMPOSITION

Patent number:

JP7150105

Publication date:

1995-06-13

Inventor:

TAKARADA MITSUHIRO; TAKAHASHI TADASHI

Applicant:

SHINETSU CHEMICAL CO

Classification:

- international:

C09D143/04; C09D133/14; C09D183/06

- european:

C09D143/04; C09D183/04 JP19930323451 19931130

Application number:
Priority number(s):

JP19930323451 19931130

Also published as:

EP0656409 (A2) EP0656409 (A3)

Report a data error here

Abstract of JP7150105

PURPOSE:To obtain a coating composition which can form a coating film excellent in adhesion to various substrates and excellent in weather resistance, water resistance, staining resistance and alkali resistance. CONSTITUTION:This composition comprises a vinyl copolymer having hydroxyl groups and hydrolyzable silyl groups, an organopolysiloxane represented by the formula: R<1>aXbSiO(4-a-b)/2 (wherein R<1> is an (un)substituted 1-10 C hydrocarbon group; X is a group selected from among a hydroxyl group, a 1-6 C alkoxyl group, an alkenoxy group, an acetoxy group and a ketoxime group; and a and b are positive integers in the ranges: O< a<2,0
b<3, and 0<a+b<4) and a condensation catalyst.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-150105

(43)公開日 平成7年(1995)6月13日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号 B.O.	庁内 整理番号	FΙ	技術表示箇所			
C 0 9 D 143/04	PGL						
133/14	PFY PMT						
183/06	PMU						
	PMU						
			審査請求	未請求 請求項の数4 FD (全 7 頁)			
(21)出願番号	特顧平5-323451		(71)出願人	000002060 信越化学工業株式会社			
(22)出願日	平成5年(1993)11月30日			東京都千代田区大手町二丁目6番1号			
			(72)発明者	宝田 充弘			
				群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10			
				信越化学工業株式会社シリコーン電子材料			
				技術研究所内			
			(72)発明者	高橋 正			
				群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10			
				信越化学工業株式会社シリコーン電子材料			
				技術研究所内			
			(74)代理人	弁理士 小島 隆司			

(54) 【発明の名称】 コーティング用組成物

(57)【要約】 (修正有)

【構成】 (A) 水酸基及び加水分解性シリル基を含有するビニル系共重合体、(B) 下記一般式(1) で示さ* R¹, X_b S i O(4-1-b)/2

(式中、 R^1 は置換又は非置換の炭素数 $1\sim10$ の炭化水素基、Xは水酸基、炭素数 $1\sim6$ のアルコキシ基、アルケノキシ基、アセトキシ基及びケトキシム基か選択される基、a, bは0<a<2、0<b<3、0<a+b<4 を満たす正数である。)

*れるオルガノポリシロキサン、(C)縮合触媒を配合してなるコーティング用組成物。

... (1)

【効果】 種々の無機質基材、特にステンレス鋼板との 密着性に優れ、また、耐候性、耐水性、耐汚染性、耐ア ルカリ性に優れた被膜を形成することができ、建築外装 用塗料ビヒクル、金属にプライマーレスで塗工すること ができるコーティング剤として有用である。 1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 水酸基及び加水分解性シリル基を*

R1 & Xb S I O(4-1-b)/2

(式中、R¹は置換又は非置換の炭素数1~10の炭化 水素基、Xは水酸基、炭素数1~6のアルコキシ基、ア ルケノキシ基、アセトキシ基及びケトキシム基か選択さ れる基、a, bは0<a<2、0<b<3、0<a+b<4を満たす正数である。) (C) 縮合触媒を配合して なるコーティング用組成物。

記一般式(2)で示されるオルガノシランを配合してな るコーティング用組成物。

R1 c S i Y4 - c

... (2)

$$CH_2=C < R^2$$
 $COO-Z-OH$

(式中、R1、X、cは上記と同様の意味を示し、R2は 水素原子又はメチル基、2は炭素数2~20の酸素原子 が介在してもいい二価の有機基である。)

【請求項4】 請求項1又は2記載のコーティング用組 成物において、上記(C)成分がアルミニウムキレート 化合物であるコーティング用組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、種々の無機質基材、特 耐水性、耐汚染性、耐アルカリ性等に優れた被膜を形成 することができ、建築外装用塗料ビヒクル、金属にプラ イマーレスで塗工することができるコーティング剤とし て有用なコーティング用組成物に関する。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、 アクリルラッカーに替わる耐候性に優れたコーティング 用組成物として、加水分解性シリル基含有ビニル系重合 体 (例えば特開昭55-129405号、同57-36 10号公報)が提案されている。これらの重合体は、空 40 気中の湿分によって常温で架橋して塗膜を形成するもの であり、上記アクリルラッカーよりも耐溶剤性、耐水性 が向上した塗膜を得ることができるものである。

【0003】しかしながら、上記コーティング用組成物 は耐候性が十分とはいえず、例えば冬季など低温度の環 境下では硬化せず、この場合、加熱しても硬化を促進す ることができないという問題がある。

【0004】また、アクリル系塗料を用いた場合、最近 では酸性雨によって塗膜にしみが発生することが問題と

2 *含有するビニル系共重合体、(B)下記一般式(1)で 示されるオルガノポリシロキサン、

... (1)

※ (式中、R1は上記と同様の意味を示し、Yは炭素数1 ~6のアルコキシ基、アルケノキシ基、アセトキシ基及 びケトキシム基から選択される基、cは0、1又は2で ある。)

【請求項3】 請求項1又は2記載のコーティング用組 成物において、上記(A)成分が下記一般式(3)及び 【請求項2】 請求項1記載の組成物に、更に(D)下 10 (4)で示される重合性単量体を共重合することによっ て得られる共重合体であるコーティング用組成物。 [化1]

... (3)

... (4)

れている。例えば特開昭63-108049号公報で は、アルコキシシリル末端のジオルガノポリシロキサン 含有(メタ)アクリレートとオキシラン含有(メタ)ア クリレートとを共重合させて得られるピニル系重合体に 金属キレート化合物を加える方法が提案されている。し かし、この方法によって塗膜の耐酸性を向上させること ができるものの、耐候性は不十分である。更に、特開昭 63-221123号公報では、エポキシ基、加水分解 性シリル基及びシロキサンを含有するアクリル系共重合 にステンレス鋼板等との密着性に優れ、また、耐候性、30 体に金属キレートを加えることにより、低温硬化性を向 上させた組成物が提案されているが、ステンレス鋼等の 基材と塗膜との接着性が乏しいため、使用できる基材の 材質が限定されるという不具合がある。

> 【0005】更に、塗膜の耐候性を改良することを目的 として、特開平3-252414号公報において、加水 分解性シリル基含有ビニル系重合体、シラノール末端オ ルガノポリシロキサン及び脱アルコール触媒からなる組 成物が提案されているが、上記と同様に塗膜のステンレ ス鋼板等に対する接着性が乏しいという問題がある。

【0006】一方、耐候性が最も優れる外装塗料用樹脂 組成物としては、フルオロオレフィンと水酸基含有ビニ ルエーテル共重合体をメラミン樹脂又はポリイソシアナ ートで硬化させるフッ素系樹脂組成物が広く利用されて いるが、フッ素系樹脂組成物で形成される塗膜はアクリ ル系樹脂組成物で形成される塗膜と比べて軟らかいた め、砂ぼこり等で傷がつき易いこと、汚れが付着し易い こと、経済的にもコスト高であることなどの問題点が指 摘されている。

【0007】本発明は上記事情に鑑みなされたもので、 なり、このためアクリル・メラミン系塗料の改良がなさ 50 種々の無機質基材、特にステンレス鋼板等との密着性に

優れ、また、耐候性、耐水性、耐汚染性、耐アルカリ性 等に優れた被膜を形成することができるコーティング組 成物を提供することを目的とする。

[00008]

【課題を解決するための手段及び作用】本発明者は上記 目的を達成するため鋭意検討を行った結果、(A)水酸 基及び加水分解性シリル基を含有するビニル系共重合 体、(B) 下記一般式(1) で示されるオルガノポリシ ロキサン、(C)縮合触媒、好ましくは更に(D)下記 コーティング用組成物は、種々の無機質基材、特にモル タル、コンクリートや鋼板、ステンレス鋼板などとの密 着性に優れ、また、耐候性、耐水性、耐汚染性、耐アル* R1 X S 1 O(4-1-b)/2

(式中、R1は置換又は非置換の炭素数1~10の炭化 水素基、Xは水酸基、炭素数1~6のアルコキシ基、ア ルケノキシ基、アセトキシ基及びケトキシム基か選択さ れる基、a, bは0<a<2、0<b<3、0<a+b<4を満たす正数である。)

$$R^1 \in S i Y_{4-\epsilon}$$
 ... (2)

(式中、R1は上記と同様の意味を示し、Yは炭素数1 ~6のアルコキシ基、アルケノキシ基、アセトキシ基及 びケトキシム基から選択される基、 c は 0、1 又は 2 で ある。)

【0010】以下、本発明を更に詳しく説明すると、本 発明のコーティング組成物は、(A)水酸基及び加水分 解性シリル基を含有するビニル系共重合体、(B)上記 一般式(1)で示されるオルガノポリシロキサン、※

$$CH_2=C$$
 R^2
 $COO-Z-OH$

$$CH_2=C$$
 $COO-7-SiR^1 X$

【0013】上記式において、R1は炭素数1~10、 好ましくは1~7の置換又は非置換の炭化水素基であ り、具体的にはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチ ル基、ヘキシル基等のアルキル基、シクロヘキシル基等 ル基、フェニル基、トリル基等のアリール基及びこれら の基の水素原子の一部又は全部をハロゲン原子、シアノ 基等で置換したクロロメチル基、トリフルオロプロピル 基、シアノエチル基などが挙げられる。R²は水素原子 又はメチル基である。

【0014】 Zは炭素数2~20、好ましくは3~7の 酸素原子が介在してもいい二価の有機基であり、具体的 CH_2) 3 -, - (CH_2) 4 -, - (CH_2) 2 O -(CH₂)₃-, -(CH₂)₆-, -(CH₂CH₂O)

*カリ性等に優れた被膜を形成することができ、建築外装 用塗料ビヒクル、金属にプライマーレスで塗工すること ができるコーティング剤として有用であることを見い出 した。即ち、加水分解性シリル基と水酸基を含有するア クリル樹脂とシロキサンを硬化させるため、耐候性、耐 熱性に優れ、各種無機質基材に十分に接着した塗膜を形 成することができ、更に、架橋密度が高いため、汚れが 付着しにくく、耐汚染性にも優れていると共に、硬化触

4

媒の添加量を調節することにより、常温硬化から加熱硬 一般式(2)で示されるオルガノシランを配合してなる 10 化まで幅広い硬化領域を持つことを知見し、本発明をな すに至ったものである。

[0009]

... (1)

※ (C) 縮合触媒、好ましくは更に(D)上記一般式 (2) で示されるオルガノシランを配合してなるもので ある。

【0011】ここで、(A)成分のビニル系共重合体 は、水酸基及び加水分解性シリル基を含有するビニル系 20 共重合体であり、水酸基及び重合性二重結合を有する化 合物と加水分解性シリル基及び重合性二重結合を有する 化合物とを、必要に応じて他の重合性化合物を加えて共 重合させることによって得ることができ、例えば下記式 (3)、(4)で表される化合物をラジカル重合させる ことによって得られるものが好適に用いられる。

[0012]

(化2)

... (4)

は2である。

【0015】上記式(3)の化合物として、具体的には 2-ヒドロキシエチル (メタ) アクリレート、2-ヒド ロキシプロピル (メタ) アクリレート、2-ヒドロキシ のシクロアルキル基、ビニル基、アリル基等のアルケニ 40 ブチル (メタ) アクリレート、2-ヒドロキシエトキシ エチル (メタ) アクリレート、N-メチロールアクリル アミドなどが例示され、式(4)の化合物として、3-メトキシシリルプロピル (メタ) アクリレート、3-ト リエトキシシリルプロピル (メタ) アクリレート、3-ジメトキシメチルシリルプロピル (メタ) アクリレー ト、3-ジエトキシメチルシリルプロピル(メタ)アク リレートなどが例示される。

【0016】上記式(3)、(4)の化合物と共重合可 能な他の重合性化合物としては、(メタ)アクリル酸、 $_2$ - ($\mathrm{CH_2}$) $_3$ などが挙げられる。また、 c は $\mathrm{0}$ 、 $\mathrm{1}$ 又 $\mathit{50}$ マレイン酸,無水マレイン酸,イタコン酸等のカルボン 酸、(メタ) アクリル酸メチル、(メタ) アクリル酸エ チル, (メタ) アクリル酸プチル等のアクリル酸エステ ルやメタクリル酸エステル、グリシジル (メタ) アクリ レート、ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート等 の官能基含有アクリル酸エステルやメタクリル酸エステ ルなどが挙げられる。更に、酢酸ビニル、2-ヒドロキ シビニルエーテル, スチレン, α-メチルスチレン, (メタ) アクリル酸, マレイン酸, 無水マレイン酸, グ リシジル (メタ) アクリレート等の重合性単量体を用い ることもできる。

【0017】(A)成分の共重合体は周知の方法でラジ カル重合されることによって得られるが、かかる開始重 合剤としては、アゾビスイソプチロニトリル、アゾビス (2, 4-ジメチルパレロニトリル)等のアゾビス化合 物、過酸化ベンゾイル、過酸化ラウリロイル等の過酸化 物を使用することができる。

【0018】(3)式と(4)式の化合物の使用割合は 特に制限されないが、共重合物1分子中に少なくとも2 個の加水分解性シリル基及び少なくとも2個の水酸基が 導入される割合とすることが好ましく、特に (A) 成分 20 解性シリル基とを含有することが必要である。 中に式(3)で示される化合物が5~50重量%、式 (4) で示される化合物が3~30重量%含有すること が好ましい。

R1 X S i O(4-a-b)/2

【0022】ここで、R1は上記と同様の意味を示し、 Xは水酸基、炭素数1~6のアルコキシ基、アルケノキ シ基、アセトキシ基又はケトキシム基であり、具体的に はシラノール基、メトキシ基、エトキシ基、イソプロペ ニルオキシ基、メチルエチルケトキシム基が例示され、 い。工業的にはシラノール基、メトキシ基が好ましく、 R¹としてはフェニル基を含有することが(A)成分と の相溶性の点から好ましい。また、 a, bは0<a< $2 \times 0 < b < 3 \times 0 < a + b < 4$ を満たす正数である。 【0023】(B)成分のオルガノポリシロキサンは、 アルキルクロロシラン, フェニルクロロシラン, アルキ ルアルコキシシラン、フェニルアルコキシシラン等を加 水分解して得ることができる。

【0024】(B)成分として具体的には、テトラクロ シラン, フェニルトリクロロシラン, ジフェニルトリク ロロシラン, フェニルメチルジクロロシラン, トリフル オロプロピルトリクロロシラン、トルフルオロプロピル メチルジクロロシラン等のクロロシラン類、メチルトリ メトキシシラン, メチルトリエトキシシラン, テトラメ トキシシラン、テトラエトキシシラン、フェニルトリメ トキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジメチル ジメトキシシラン, ジメチルジエトキシシラン, ジフェ ニルジメトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、

*【0019】この重合反応は、溶剤中で行うこともで き、コーティングの容易さから、エーテル類、エステル 類、炭化水素類、アルコール類等の1種又は2種以上の 混合物中で重合することが好ましい。また、必要に応じ て、n-ドデシルメルカプタン、t-ドデシルメルカプ タン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシランなど の連鎖移動剤を加えることにより、共重合物の分子量を 調節することができる。

6

【0020】なお、本発明の(A)成分は水酸基と加水 10 分解性シリル基とを含有することを特徴とするものであ り、(A)成分が水酸基のみ含有するアクリル樹脂であ る場合、(B)成分との架橋がSi-O-C結合で形成 されるため、被膜の耐水性が乏しくなってしまう。ま た、(A) 成分が加水分解性シリル基のみを含有するア クリル樹脂である場合、(B)成分との硬化性が十分で はないため、架橋密度を十分に高くすることができな い。しかし、架橋密度を高くする目的で加水分解性シリ ル基の含有率を高くすると、保存安定性に乏しくなるの で、水酸基を適度に導入すること、即ち水酸基と加水分

【0021】(B)成分のオルガノポリシロキサンは下 記式(1)で示されるものである。

... (1)

フェニルメチルジメトキシシラン, フェニルメチルジエ トキシシラン等のアルコキシシランの加水分解物又は部 分加水分解物が使用される。

【0025】(B)成分の配合量は、(A)成分100 部 (重量部、以下同じ) に対して10~300部、特に (C) 成分の硬化触媒で硬化し得る官能基であればよ 30 50~200部とすることが好ましい。配合量が10部 未満では耐候性が得られず、300部を越えると十分な 表面硬度が得られない場合がある。

> 【0026】(C)成分の縮合触媒は、(A)成分の水 酸基及び加水分解性シリル基と(B)成分の官能基を縮 合させるのであれば特に限定されるものではない。

(C) 成分としては、例えばアルコキシアルミニウム

類、アルミニウムキレート類、アルキルチタネート類、 オクチル酸錫、ジブチル錫ジカルボキレシート類、カル ボン酸のアルカリ金属塩、カルボン酸のアルカリ土類金 ロシラン、メチルトリクロロシラン、ジメチルジクロロ 40 属塩、有機アミン類、有機アミンのカルボン酸中和塩、 4級アンモニウム塩、N-β-アミノエチル-γ-アミ ノプロピルトリメトキシシラン、ャーアミノプロピルト リエトキシシラン、ロートルエンスルホン酸、フタル酸 等の有機酸などが使用される。特にアルミニウムキレー ト類が縮合促進性に優れていることから有効である。ア ルミニウムキレート類としては下記に示すものが挙げら れる。

[0027]

【化3】

7

 $A\ell(acac)_3$, $A\ell(O-i-Pr)(acac)_2$, $A\ell(O-i-Pr)_2(acac)$,

 $A\ell(O-i-Bu)(acac)_2$, $A\ell(O-i-Bu)_2(acac)$, $A\ell(CH_3COCHC-OEt)_3$.

$$A\ell(O-i-Pr)$$
 (OEt)₂. $A\ell(O-i-Pr)_2$ (OEt)

(式中、acacはアルチルアセトナート基、Prはプ ロピル基、Buはプチル基、Etはエチル基を示す。) 【0028】 (C) 成分の添加量は(A) 成分100部 に対して 0.01~40 部とすることが好ましい。

(C) 成分の配合量が0.01部未満では硬化性が乏し く、40部を越えると耐候性が悪くなり、本発明のコー ティング剤のポットライフが短くなる場合がある。

【0029】更に、表面硬度の向上及び硬化性向上の目 添加することもできる。

$$R^{\dagger}_{c} S i Y_{4+c}$$
 ... (2)

【0030】式中、RI、cは上記と同様の意味を示 し、Yは炭素数1~6のアルコキシ基、アルケノキシ 基、アセトキシ基及びケトキシム基から選択される基で ある。

【0031】(D)成分として具体的には、テトラメト キシシラン、テトラエトキシシラン、テトライソプロペ **ノキシシラン、テトラキス(メチルエチルケトキシム)** ン、メチルトリイソプロペノキシシラン、メチルトリア セトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチル ビス (メチルエチルケトキシム) シラン、ジメチルジイ ソプロペノキシシラン、ジメチルジアセトキシシラン、 ピニルトリス (メチルエチルケトキシム) シラン、フェ ニルトリイソプロペノキシシランなどが使用される。

【0032】(D)成分の添加量は(A)成分100部 に対して100部以下とすることが好ましい。添加量が 100部を越えると、表面硬度を向上させることが困難 となる場合があり、経済的にも不利である。

【0033】本発明のコーティング組成物は、公知の方 法で製造することができ、また、取り扱いを容易にする ために、各種有機溶媒で希釈することが好ましい。この 場合、使用する有機溶媒は(A)成分の共重合体の種 類、(B)成分の種類や分子量によって選ぶことがで き、具体的にはトルエン、キシレン等の芳香族系炭化水 素、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチル ケトン等のケトン類、ヘキサン、オクタン、ヘブタン等 の脂肪族系炭化水素、クロロホルム、塩化メチレン、ト リクロロエチレン、四塩化炭素等の有機塩素系溶剤、メ 50 的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるも

タノール, エタノール, イソプロパノール, ブタノー ル、イソブタノール等のアルコール類、酢酸エチル、酢 酸プチル, 酢酸イソプチル等のエステル類の1種又は2 種以上の混合溶剤とすることができる。

8

【0034】この有機溶媒の使用量はコーティング10 0部に対して50~300部とするとが好ましい。

【0035】また、本発明の組成物には必要に応じてレ ベリング剤、増粘剤、紫外線吸収剤等の添加剤を添加す 的で(D)成分として下記式(2)で示される架橋剤を 20 ることができる。また、各種顔料、染料等の着色剤やア ルミニウムペースト、タルク、ガラスフリット、金属粉 等を添加し、塗料として用いることによって基体にコー ティング被膜を形成することができる。

> 【0036】本発明のコーティング用組成物は、種々の 途布法で基体に塗布し、コーティング被膜を形成するこ とができる。具体的には刷毛塗り、スプレー、浸漬、フ ローコーター、ナイフコーター、スピンコーター等の方 法を用いることができる。また、現場塗装が可能であ

シラン、メチルトリス (メチルエチルケトキシム) シラ 30 【0037】この場合、コーティング被膜の厚さは $5\sim$ 50μmとすることが好ましい。また、各種顔料添加の 塗料での被膜の厚さは $10\sim100\mu$ mとすることが好 ましい。

> 【0038】本発明のコーティング組成物は各種金属基 材、モルタル板、スレート板、コンクリート、木材、プ ラスチック基材、ガラス、更にはアクリル系、アルキッ ド系、ポリエステル系、エポキシ系、ウレタン系等の塗 料の塗装面をコーティングする目的で使用することもで き、特にステンレス鋼板やコンクリート等に対して優れ 40 た密着性を示すものである。

[0039]

【発明の効果】本発明のコーティング用組成物は、種々 の無機質基材、特にステンレス鋼板等との密着性に優 れ、また、耐候性、耐水性、耐汚染性、耐アルカリ性等 に優れた被膜を形成することができ、建築外装用塗料ビ ヒクル、金属にプライマーレスで塗工することができる コーティング剤として有用である。

[0040]

【実施例】以下、実施例と比較例を示し、本発明を具体

のではない。実施例の説明に先立ち、(A)成分の調製 例について説明する。

【0041】 [調製例1] フラスコにトルエン100部 を仕込み、メタクリル酸メチル80部、メタクリル酸ー 2-ヒドロキシエチル15部、3-メタクリロキシプロ ピルトリメトキシシラン5部及びアゾビスイソブチロニ トリル1部の混合物を窒素気流中、90℃で4時間かけ て滴下し、次いで90℃で2時間熟成し、平均分子量 (ポリスチレン換算)約30,000の共重合体のトル エン溶液を得た(固型分50%)。

【0042】 [調製例2] 調製例1においてメタクリル 酸-2-ヒドロキシエチルを20部とし、3-メタクリ ロキシプロピルトリメトキシシランを用いない以外は調 製例1と同様にして平均分子量40,000の共重合体 のトルエン溶液を得た(固型分50%)。

【0043】 [調製例3] 調製例1のメタクリル酸-2 -ヒドロキシエチル15部、3-メタクリロキシプロピ ルトリメトキシシラン5部の代わりにメタクリル酸プチ ル10部、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシ 子量35,000の共重合体のトルエン溶液を得た(固 型分50%)。

【0044】 [実施例1] 調製例1で得られた共重合体 のトルエン溶液を固型分で50部(トルエン溶液で10 0部)、平均分子量約3,000で末端シラノールの (CH₅) 1.0 (C₆H₅) 0.6 (OH) 0.32 S 1 O_{1.04} T 示されるオルガノポリシロキサン50部、キシレン30 部、イソプタノール20部の混合物にアルミニウムトリ スアセチルアセトナート0.5部を加え、十分に混合し た後、バーコーター(No. 28)で厚さ3mmのステ 30 た。また、塗膜の外観を目視で判定した。 ンレス鋼板 (SUS304) に塗布し、150℃で30 分間加熱硬化して被膜を得た。この被膜の乾燥膜厚は約 20 μmであった。この被膜の物性を下記の測定方法で 測定した。結果を表1に示す。

鉛筆硬度

JIS-K5400の第6-14項に準じて測定した。 基松日來着性

JIS-K5400の第6-15項に準じたセロテープ*

$$\text{CH}_{\text{s}}\text{Si}\left(\text{O-N-C} \underset{\text{CH}_{\text{a}}}{\overset{\text{CH}_{\text{3}}}{\left(\text{CH}_{\text{5}}\right)_{\text{a}}}}\right)_{\text{a}}$$

【0047】 [実施例3] 調製例1で得られた共重合体 のトルエン溶液を固型分で50部(トルエン溶液で10 0部)、平均分子量約800で末端メトキシ基の(CH 3) 0.7 (C6H5) 1 (CH3O) 0.8 SIO0.75で示され るオルガノポリシロキサン50部、キシレン30部、シ クロヘキサノン20部の混合物にアルミニウムトリスア セチルアセトナート2部を加え、十分に混合した後、バ ーコーター (No. 28) で厚さ0.3mmのステンレ ス鋼板 (SUS304) に塗布し、室温で1週間硬化し 50 乾燥膜厚の被膜を得、同様にして物性を測定した。結果

*剥離テストを行った。

マンドレルテスト

J I S - K 5 4 0 0 の第 6 - 1 6 項に準じて測定し、2 mmφで曲げた後の外観を下記基準に従って目視で判定 した。

10

○:異常なし

×: 微小クラックあり

キシレンラピング

キシレンを含浸させた1cm×1cmの脱脂綿で塗膜を 10 100往復こすった後の外観を下記基準に従って目視で 判定した。

〇:良好

×:表面荒れ

耐沸水性

テストピースを純水中に浸漬し、2時間煮沸した後に碁 盤目密着性試験と同様のセロテープ剥離テストを行っ t-.

油性インク汚染性

硬化被膜上に黒色の油性インクペン(マジックインキ、 ラン10部を用いた以外は調製例1と同様にして平均分 20 ぺんてる(株)社製)でマーキングレ、10分間風乾し た後、イソプロピルアルコールを含浸した脱脂綿で拭き 取り、下記基準に従って目視で判定した。

○:マーキングの残存が全くない

×:マーキングの残存がある

耐候性

アトラスユプコン((株)東洋精機製作所製)によるデ ューサイクルテスト(70℃で8時間の紫外線曝露、5 0℃で4時間の湿潤曝露) 1,000時間行った後に碁 盤目密着性試験と同様のセロテープ剥離テストを行っ

【0045】 [実施例2] 実施例1のコーティング用組 成物に、更に下記式(5)で示す化合物を5部加えた以 外は実施例1と同様にして乾燥膜厚約20 µmの硬化被 膜を得、実施例1と同様にして物性を測定した。結果を 表1に併記する。

[0046]

[4:4]

... (5)

て乾燥膜厚約15μmの被膜を得、実施例1と同様にし て物性を測定した。結果を表1に併記する。

【0048】 [比較例1] 調製例2で得られた共重合体 のトルエン溶液を固型分で50部(トルエン溶液で10 0部)、(CH₃)_{1.0} (C₆H₅)_{0.6} (OH)_{0.32} S i O1.04で示されるオルガノポリシロキサン50部、キシ レン50部を加え、十分に混合した後、実施例1と同様 にして同様のステンレス鋼板に同様に塗布して、同様の 11

【0049】 [比較例2] 実施例3において、共重合体

を表1に併記する。

12被膜を得、同様にして物性を測定した。結果を表1に併記する。

#139つ。 【0050】

のトルエン溶液として調製例3で得られたものを用いた 以外は実施例3と同様にして乾燥膜厚約20μmの硬化

【表1】

		実	施	例	比 1	交 例
		1	2	3	1	2
鉛筆	硬 度	2H	3H	2H	2H	2H
幕 盤 目	密着性	100/100	100/100	100/100	100/100	100/100
マンドレル	ν2mm φ	0	0	0	×	×
キシレン	ラビング	0	0	0	×	×
耐沸水性(密着性)		100/100	100/100	100/100	0/100	90/100
油性イン	ク汚染性	0	0	0	×	×
耐候性	密着性	100/100	100/100	100/100	50/100	90/100
	外模	異常なし	異常なし	異常なし	異常なし	異常なし